

РЕГЕНЕРАЦИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ В ПРОЦЕССЕ ТЕРМИЧЕСКОГО ГИДРОЛИЗА ШЕСТИВОДНОГО НИТРАТА МАГНИЯ

Окисленная никелевая руда (ОНР) Серовского месторождения относится к магнезиальным рудам и может рассматриваться в качестве сырья для получения оксида магния. Состав руды (масс. %): MgO – 34,1; NiO – 0,8–3; Fe_2O_3 – 14,8; SiO_2 – 42,7. Выщелачивание руды производили азотной кислотой.

Полученный после удаления кремнезема, железа, никеля и других сопутствующих элементов азотнокислый раствор упаривали до образования кристаллической массы состава $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, которую в дальнейшем подвергали термическому гидролизу.

Разложение нитрата магния в присутствии паров воды проводили в трубчатой печи (рис. 1) [1]. В печь помещали кварцевую трубку, в которую в дальнейшем вводили фарфоровую лодочку с нитратом магния. Температуру измеряли непосредственно в трубке над лодочкой с помощью хромель-алюмелевой термопары. Температуру поддерживали с помощью лабораторного трансформатора, колебания ее не превышали $\pm 5^\circ\text{C}$. Перегретый пар получали в колбе-парообразователе с последующим нагреванием его в змеевике из меди. Навеска образца составляла 7 г.

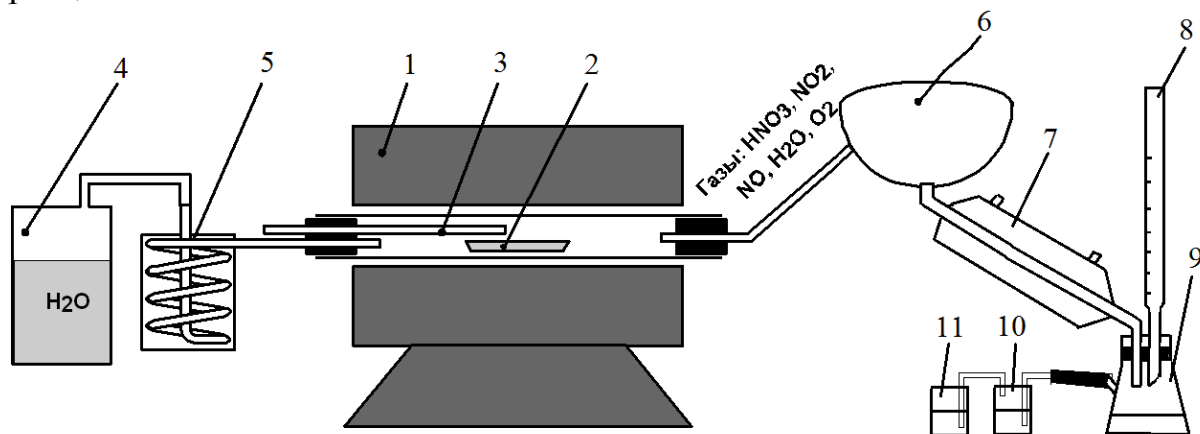


Рис. 1. Схема установки для изучения термического гидролиза $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$:
1 – печь; 2 – фарфоровая лодочка; 3 – термопара; 4 – парообразователь;
5 – пароперегреватель; 6 – колба-ловушка; 7 – холодильник; 8 – бюретка; 9 – приемник;
10, 11 – ловушки

Пар из парообразователя 4 направляли в пароперегреватель 5 и затем вводили в реакционную трубку муфельной печи 1. По мере продвижения пара по трубке к зоне реакции происходило его дополнительное нагревание до тем-

пературы опыта. Система нагревалась до необходимой температуры при установившемся потоке. Затем в трубку быстро вводили фарфоровую лодочку 2 с шестиводным нитратом магния. Одновременно увеличивали напряжение в печи. Благодаря тому, что стенки кварцевой трубки были предварительно нагреты, температура в реакционной зоне быстро выравнивалась, создавался равномерный нагрев образца при сохранении постоянной температуры в печи.

Выделяющиеся в процессе термического гидролиза азотная кислота, оксиды азота, кислород и пары воды направляли в колбу-ловушку 6, а затем в холодильник 7. При этом происходит конденсация азотной кислоты и паров воды. Наряду с этим имеет место парогазовый синтез азотной кислоты. Сконденсированная азотная кислота собиралась в приемнике 9, где периодически титровалась раствором щелочи из бюретки 8. Остаточные количества оксидов азота улавливались в ловушках 10, 11 растворами гидроксида натрия и перманганата калия. Скорость образования конденсата регулировалась количеством подаваемого пара и составила 1–2 мл/мин.

Скорость разложения нитрата магния контролировали по суммарному количеству выделяющихся азотной и азотистой кислот.

Изучение влияния температуры на степень разложения $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ свидетельствует о том, что с повышением температуры увеличивается степень разложения соли, составляя 88, 92, 94, 91, % при 320, 400, 460, 510 °С, соответственно (рис. 2).

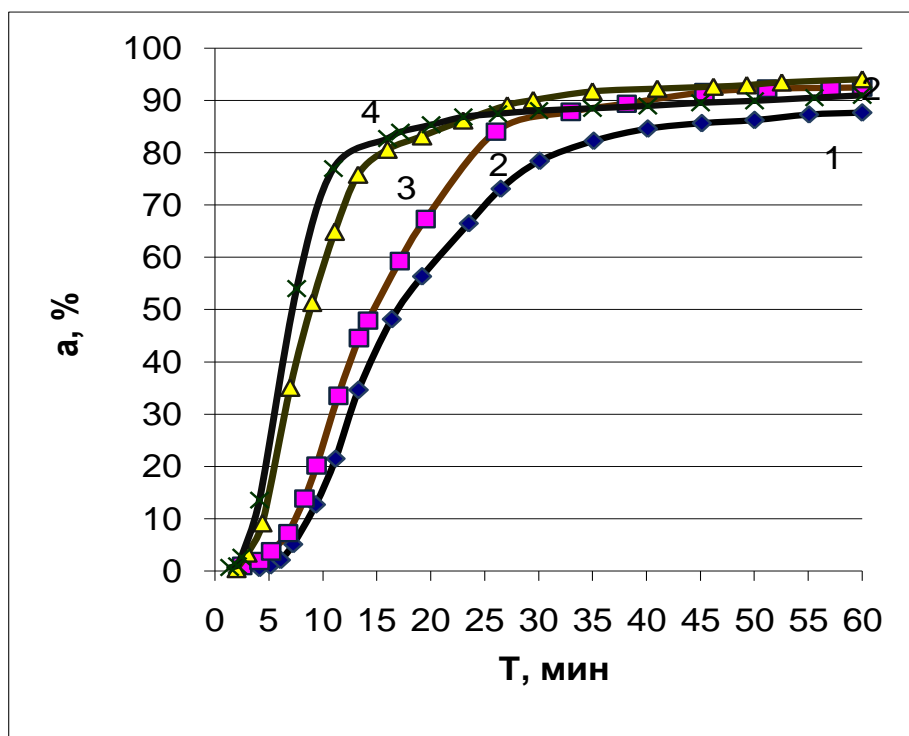


Рис. 2. Влияние температуры на степень разложения и изменение скорости реакции во времени при разных температурах проведения процесса разложения $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 1 – 320 °С; 2 – 400 °С; 3 – 460 °С; 4 – 510 °С

Установлено, что в процессе термического гидролиза нитрата магния в потоке перегретого пара выделяются азотная кислота – 92–94 %, азотистая кис-

лота – до 2 % и 2–6 % оксидов азота от общего количества уловленных газообразных продуктов распада.

Анализ влияния температуры на скорость реакции позволил сделать вывод, что с повышением температуры заметно возрастает скорость реакции (рис. 3).

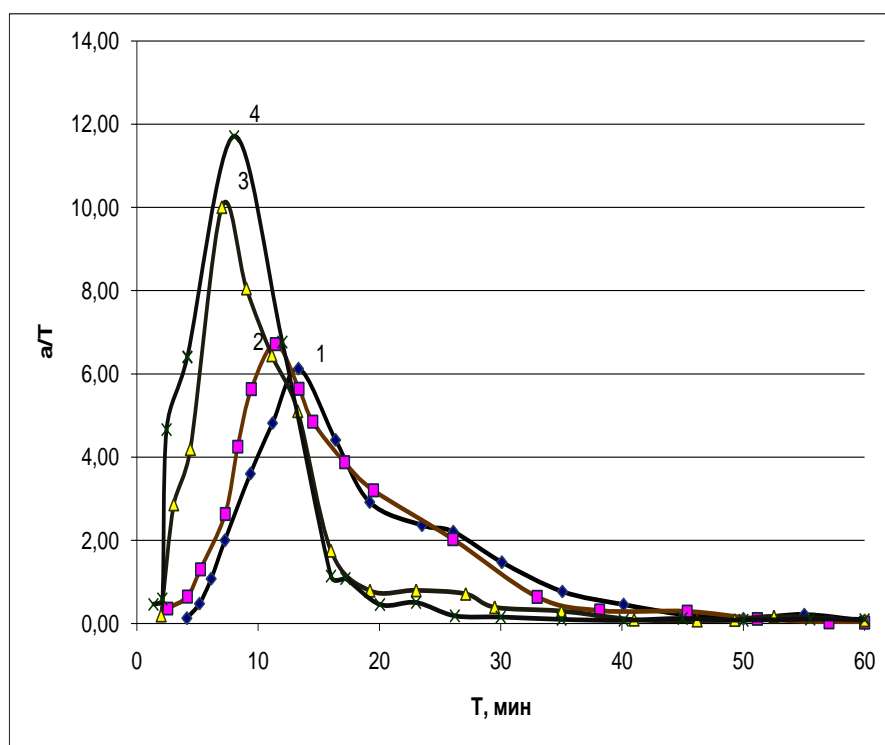


Рис. 3. Анализ влияния температуры на изменение скорости реакции во времени при разных температурах проведения процесса разложения $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$:
1 – 320 °C; 2 – 400 °C; 3 – 460 °C; 4 – 510 °C

При этом значительно уменьшается время достижения максимальных значений, так, при 510 °C максимум скорости реакции достигается уже через 8 минут от начала процесса. Нарастание и спад скорости процесса разложения происходит очень резко. При температуре 350 °C скорость реакции увеличивается плавно, достигая максимума через 13–14 минут, затем наблюдается медленный ее спад. В процессе разложения $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ граница раздела двух фаз (твердой и газообразной), т. е. реакционная поверхность твердого вещества, уменьшается, так как уменьшается количество исходной соли. Это приводит к снижению скорости реакции [2].

Таким образом, проведенные исследования по термическому гидролизу шестиводного нитрата магния позволили провести регенерацию азотной кислоты и вернуть ее на стадию выщелачивания руды, что снижает материальные затраты на процесс комплексной переработки ОНР.

Список литературы

1. Вайтнер В. В. Исследование азотнокислотной переработки алюмосиликатов для получения оксида алюминия: дис. ... канд. хим. наук. Екатеринбург, 2004. 103 с.
2. Панченков Г. М., Лебедев В. П. Химическая кинетика и катализ. М. : Химия, 1985. 590 с.